

Bibliographic Information

Manufacture of polyurethanes using dialkylaminoalkylureas as catalysts. Haas, Peter; Freitag, Hans Albrecht. (Bayer A.-G., Fed. Rep. Ger.). Ger. Offen. (1982), 25 pp. CODEN: GWXXBX DE 3027796 A1 19820218 Patent written in German. Application: DE 80-3027796 19800723. CAN 96:143542 AN 1982:143542 CAPLUS (Copyright 2002 ACS)

Patent Family Information

<u>Patent No.</u>	<u>Kind</u>	<u>Date</u>	<u>Application No.</u>	<u>Date</u>
DE 3027796	A1	19820218	DE 1980-3027796	19800723

Abstract

(Dialkylaminoalkyl)ureas are used as catalysts in the manuf. of polyurethane foams. Thus, a compn. contg. polyethylene-polypropylene glycol ether with trimethylolpropane 100, water 3.0, bis(dimethylaminoethyl) ether 0.1, com. silicone stabilizer 1.0, diazabicyclooctane [280-57-9] 0.3, and [Me₂N(CH₂)₃]₂NCONH(CH₂)₆NHCON[(CH₂)₃NMe₂]₂ [80459-58-1] (prepd. by treating bis(dimethylaminopropyl)amine [6711-48-4] with hexamethylene diisocyanate) [822-06-0] 0.5 parts was mixed with 35.5 parts isocyanate mixt. contg. 80% TDI and 20% phosgenated aniline-formaldehyde condensate. The mixt. had foam time 5 s, cream time 57 s, and rise time 10 s and produced a foam with a fine, even pore structure without the odor problem assocd. with the use of conventional cocatalysts, e.g. Et₃N and N-methylmorpholine, in foam manuf.

⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND

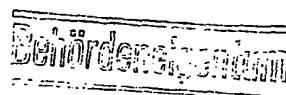


DEUTSCHES
PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift
⑯ DE 3027796 A1

⑯ Int. Cl. 3:
C08G 18/18

⑯ Aktenzeichen: P 30 27 796.4
⑯ Anmeldetag: 23. 7. 80
⑯ Offenlegungstag: 18. 2. 82



⑯ Anmelder:
Bayer AG, 5090 Leverkusen, DE

⑯ Erfinder:
Haas, Peter, Dr., 5657 Haan, DE; Freitag, Hans-Albrecht,
Dr., 5060 Bergisch Gladbach, DE

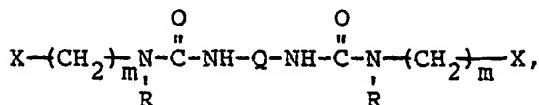
DE 3027796 A1

⑯ Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen unter Verwendung von Dialkylaminoalkylharnstoffen als
Katalysatoren

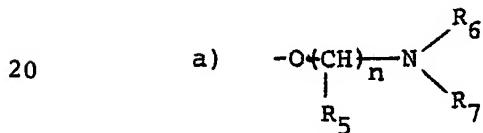
DE 3027796 A1

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen durch
 5 Umsetzung von mindestens zwei gegenüber Iso-
 cyanaten reaktionsfähigen Wasserstoffatome auf-
 weisenden Verbindungen vom Molekulargewicht 400
 - 10000 mit Polyisocyanaten und gegebenenfalls
 10 Kettenverlängerungsmitteln vom Molekulargewicht
 32-400 in Gegenwart von tertiären Aminogruppen
 aufweisenden Katalysatoren und gegebenenfalls in
 15 Gegenwart von Schaumstabilisatoren, Wasser und/oder
 organischen Treibmitteln, dadurch gekennzeichnet,
 daß als Katalysatoren Dialkylaminoalkylharnstoffen
 der allgemeinen Formel

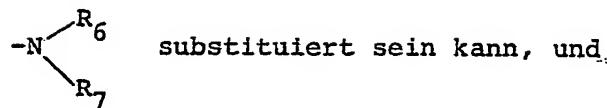


15 in der Q ein Alkylenrest, Cycloalkylenrest oder
 Arylenrest,
 m eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 und
 R Wasserstoff oder $-\left(\text{CH}_2\right)_m X$ bedeuten kann
 X Reste der Formeln



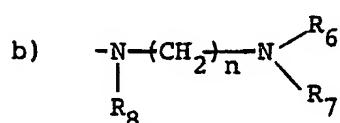
in der
 n eine ganze Zahl zwischen 2 und 5

R_5 Wasserstoff oder C_1 bis C_7 Alkyl, das durch



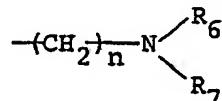
R_6 , R_7 unabhängig voneinander C_1 bis C_5 Alkyl bedeuten,

5



in der

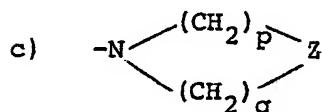
R_8 für C_1 bis C_8 Alkyl oder für den Rest



steht, und

10

n , R_6 , R_7 die oben genannte Bedeutung haben,



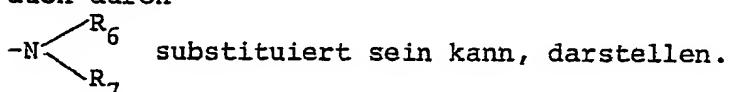
in der

z -O- oder $\geq N-R_9$,

p und q unabhängig voneinander eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 und

15

R_9 C_1 bis C_8 -Alkyl bedeuten, wobei der Alkylrest auch durch



Le A 20 345

130067/0237

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT
Zentralbereich
Patente, Marken und Lizenzen

5090 Leverkusen-Bayerwerk
GM-ABC

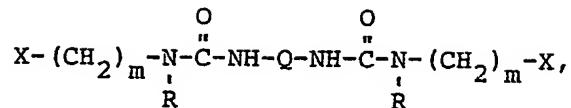
Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen unter Verwendung von Dialkylaminoalkylharnstoffen als Katalysatoren

Bislang sind eine Vielzahl an Aktivatoren für die Herstellung von Polyurethanen beschrieben worden, welche jedoch, abhängig vom Siedepunkt, zu einem mehr oder weniger starken Amingeruch führen. Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es daher, auch bei höheren Verarbeitungstemperaturen katalytisch wirksame, nicht oder schwer verdampfende, tertiäre Aminogruppen enthaltende Aktivatoren zu verwenden.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Polyurethanen durch Umsetzung von mindestens zwei gegenüber Isocyanaten reaktionsfähigen Wasserstoffatome aufweisenden Verbindungen vom Molekulargewicht 400 – 10000 mit Polyisocyanaten und gegebenenfalls Kettenverlängerungsmitteln vom Molekulargewicht 32 – 400 in Gegenwart von tertiären Aminogruppen aufweisenden Katalysatoren und gegebenenfalls in Gegenwart von Schaumstabilisatoren, Wasser und/oder organischen Treibmitteln, dadurch gekennzeichnet, daß als Katalysatoren Dialkylaminoalkylharnstoffe der allgemeinen Formel

Le A 20 345

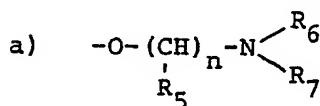
130067/0237



in der Q ein Alkylenrest, Cycloalkylenrest oder Arylenrest,

m eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 und

5 R Wasserstoff oder $-(\text{CH}_2)_m-X$ bedeuten und
X Reste der Formeln



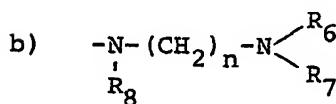
in der

n eine ganze Zahl zwischen 2 und 5

10 R_5 Wasserstoff oder C_1 bis C_7 Methyl, das durch $-\underset{\text{R}_7}{\text{N}} \text{---} \text{R}_6$

substituiert sein kann, und

R_6, R_7 unabhängig voneinander $\text{C}_1\text{--C}_5$ Alkyl bedeuten.

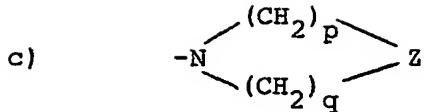


in der

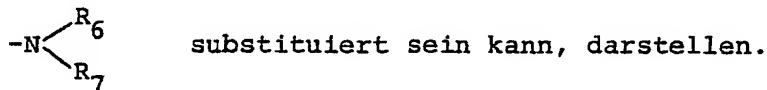
15 R_8 für C_1 bis C_8 Alkyl oder für den Rest $-(\text{CH}_2)_n - \underset{\text{R}_7}{\text{N}} \text{---} \text{R}_6$

steht, und

n, R_6, R_7 die oben genannte Bedeutung haben,



in der
5 z -0- oder N-R₉,
p und q unabhängig voneinander eine ganze Zahl zwischen
2 und 5 und
R₉ C₁ bis C₈-Alkyl bedeuten, wobei der Alkylrest auch
durch



10 Die erfindungsgemäß eingesetzten Katalysatoren werden
nach an sich bekannten Verfahren durch Addition von
Aminen der Formel X-(CH₂)_m-NH-R an Diisocyanate der
Formel Q(NCO)₂ enthalten.

15 Als Diisocyanate kommen aliphatische, cycloaliphatische,
araliphatische, aromatische und heterocyclische Diiso-
cyanate wie sie z.B. von W. Siefken in Justus Liebigs
Annalen der Chemie 563, Seite 75 bis 136, beschrieben
werden, beispielsweise solche der Formel



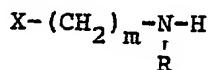
20 in der Q bevorzugt einen aliphatischen Kohlenwasser-
stoffrest und 2 - 15, vorzugsweise 6 - 10 C-Atomen
einen aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 4 - 15, vor-
zugsweise 5 - 10 C-Atomen
eines aromatischen Kohlenwasserstoffrestes mit 6 - 15,
vorzugsweise 6 - 13 C-Atomen, oder einen araliphati-
25 schen Kohlenwasserstoffrest mit 8 - 15, vorzugs-
weise 8 - 13 C-Atomen bedeuten z.B. Ethylendiisocyanat,
1,4-Tetramethylendiisocyanat, 1,6-Hexamethylendiiso-

Le A 20 345

130067/0237

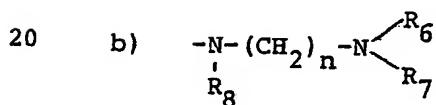
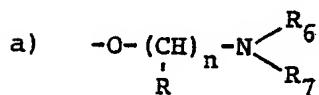
5 cyanat, 1,12-Dodecandiisocyanat, Cyclobutan-1,3-diisocyanat, Cyclohexan-1,3- und 1,4-diisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren, 1-Isocyanat-3,3,5-trimethyl-5-isocyanato-methyl-cyclohexan (DE-Auslegeschriften 1205 785, US-Patentschriften 3 401 190), 2,4- und 2,6-Hexahydrotolylendiisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren, Hexahydro-1,3- und/oder 1,4-phenylendiisocyanat, Perhydro-2,4- und/oder 4,4'-diphenylmethandiisocyanat, 1,3- und 1,4-Phenylendiisocyanat, 10 2,4- und 2,6-Tolylendiisocyanat sowie beliebige Gemische dieser Isomeren, Diphenylmethan-2,4'- und/oder -4,4'-diisocyanat, Naphthylen-1,5-diisocyanat.

Als Amine werden Verbindungen der Formel



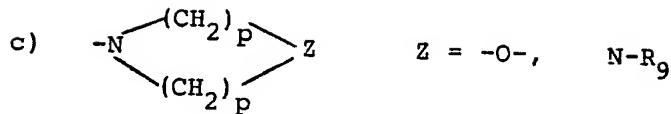
15 verwendet, in denen

R = H oder $X-(\text{CH}_2)_m-$ sein kann,
m eine ganze Zahl zwischen 2 und 5 bedeutet und
X den Formel



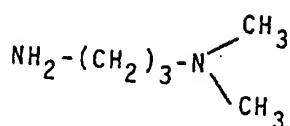
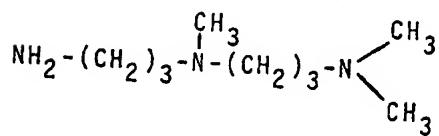
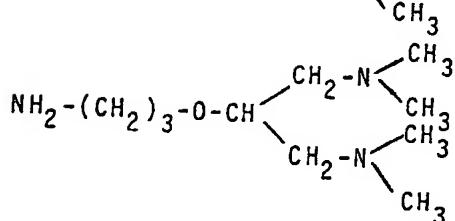
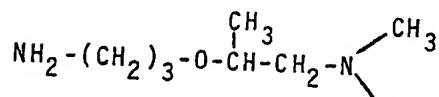
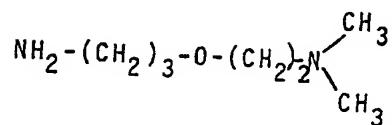
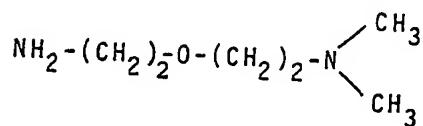
7
- 8 -

3027796



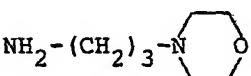
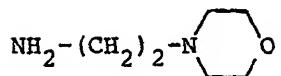
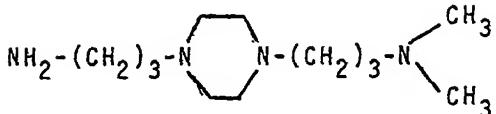
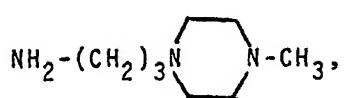
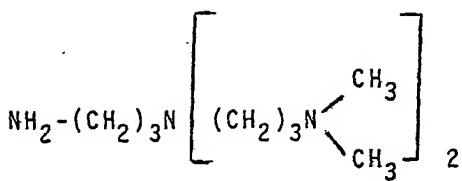
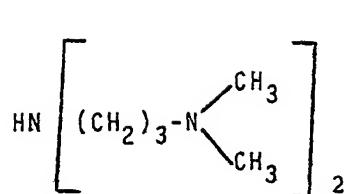
$R, R_6, R_7, R_8, R_9, n, p$ und q die bereits genannte Bedeutung haben.

5 Als derartige Amine, die z.B. in DE-OS 2 936 239 oder in DE-OS 2 732 292 beschrieben werden, seien z.B. genannt:



Le A 20 345

130067/0237

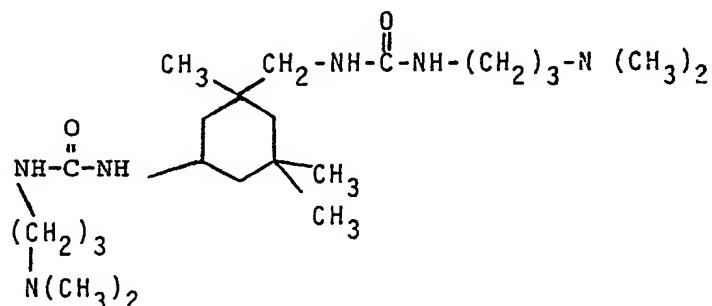
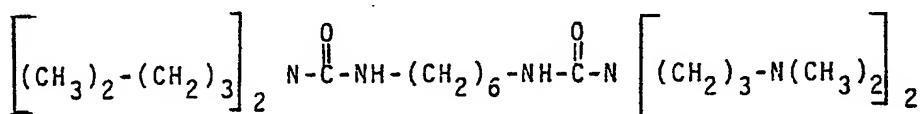
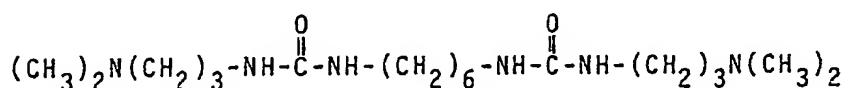
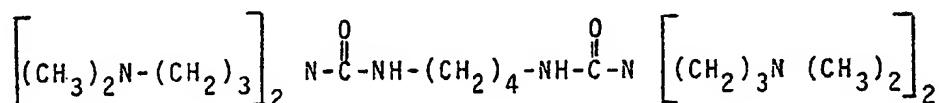
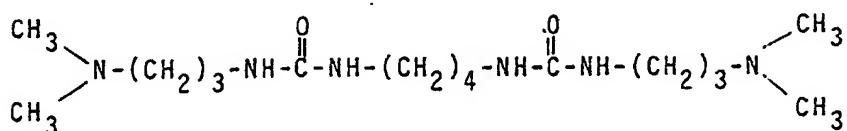
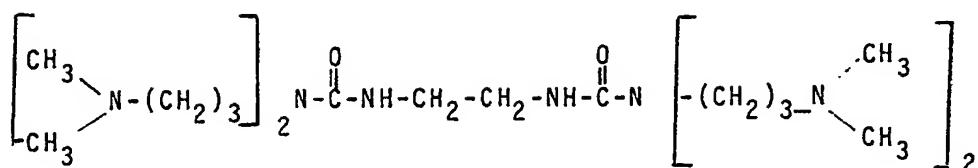
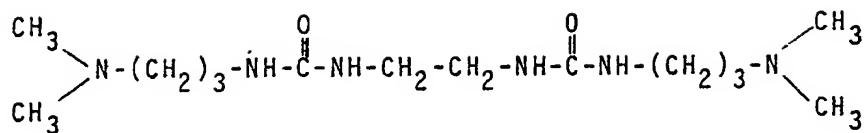


Bei den Umsetzungsprodukten (erfindungsgemäß eingesetzten Harnstoffen) handelt es sich größtenteils um mehr oder weniger viskose, wasserhelle Flüssigkeiten, die praktisch geruchsfrei sind und auch bei Temperaturen der Polyurethanherstellung zu keiner Geruchsbelästigung führen. Die erhaltenen, tertiären Aminogruppen enthaltenden Harnstoffe werden, bezogen auf 100 Gew.-Teile der mindestens zwei aktiven Wasserstoffatome aufweisenden Verbindungen vom Molekulargewicht 400 bis 10.000, in einem Bereich von 0,3 bis 5,0 Gew.-Teile verwendet.

Als Beispiele für die erfindungsgemäß zu verwendenden Aktivatoren seien genannt:

9
- 7 -

3027796

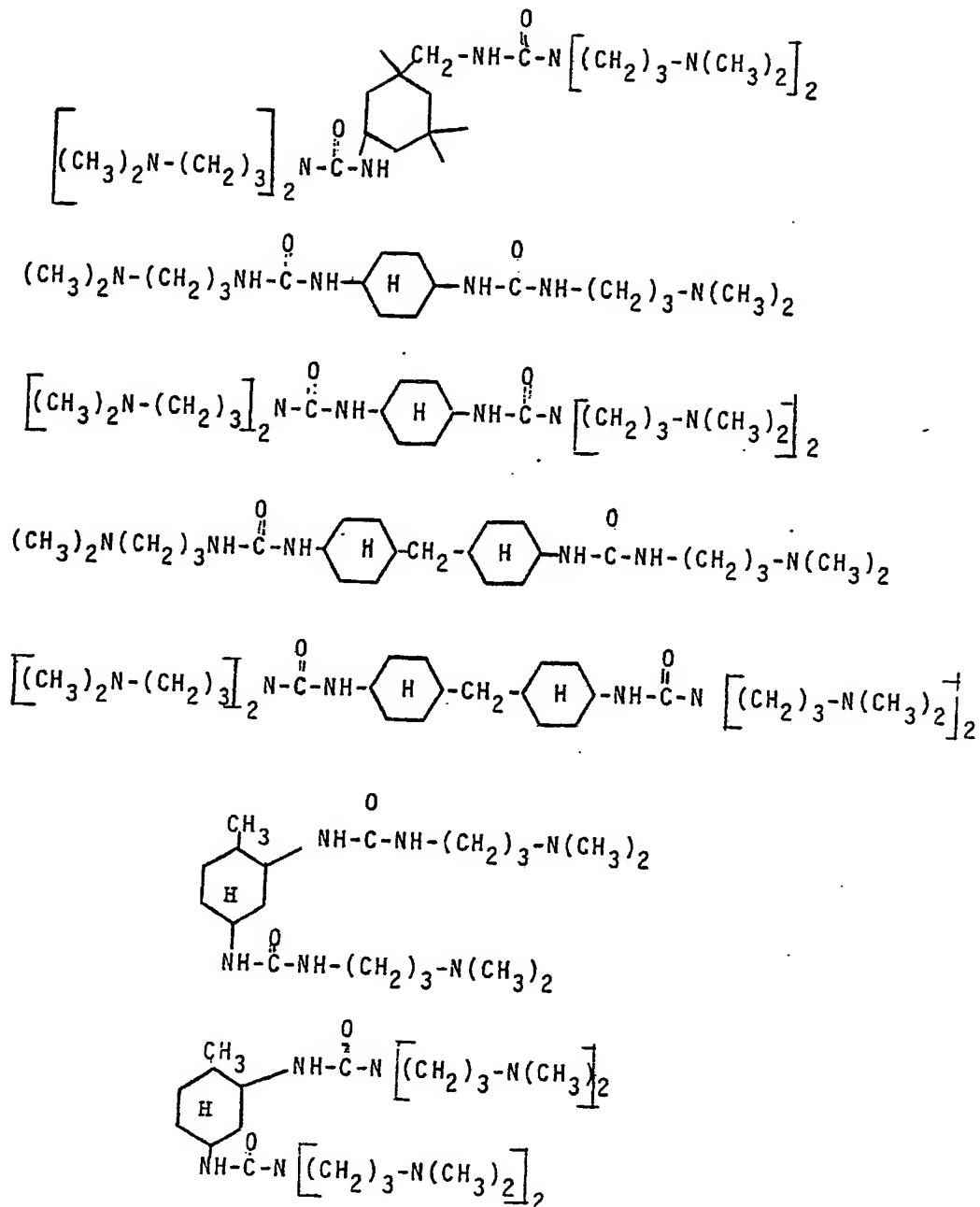


Le A 20 345

130067/0237

-8- ¹⁰

3027796

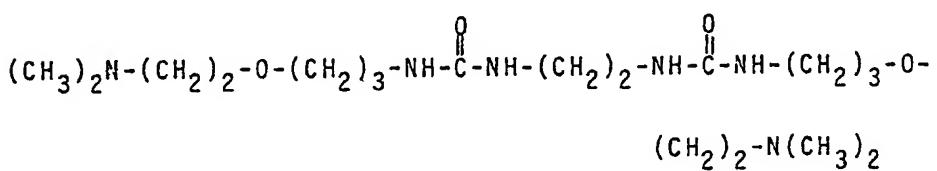
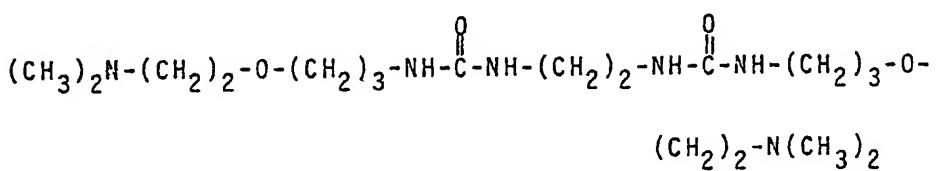
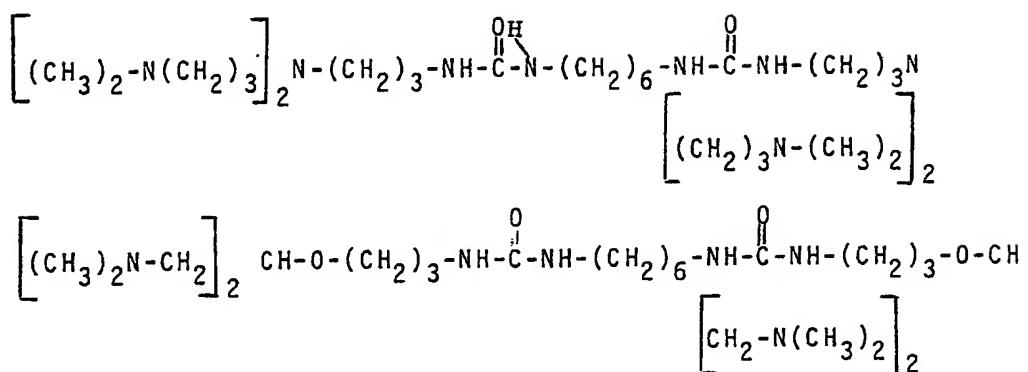
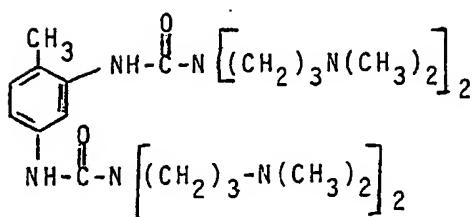
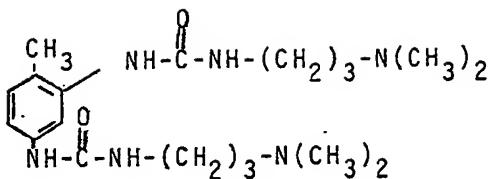


Le A 20 345

130067/0237

- 8 -
11

3027796



Le A 20 345

130067/0237

Für die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens werden eingesetzt:

1. Als Ausgangskomponenten aliphatische, cycloaliphatische, araliphatische, aromatische und heterocyclische Polyisocyanate, wie sie z.B. von W. Siefken in Justus Liebigs Annalen der Chemie, 562, Seiten 75 bis 136, beschrieben werden, beispielsweise solche der Formel



10 in der
n = 2-4, vorzugsweise 2,
und
Q einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit
2-18, vorzugsweise 6-10 C-Atomen,
15 einen cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest
mit 4-15, vorzugsweise 5-10 C-Atomen,
einen aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit
6-15, vorzugsweise 6-13 C-Atomen,
oder einen araliphatischen Kohlenwasserstoffrest
20 mit 8-15, vorzugsweise 8-13 C-Atomen,
bedeuten, z.B. solche Polyisocyanate, wie sie in
das DE-OS 2 832 253, Seiten 10-11 beschrieben wer-
den.

25 Besonders bevorzugt werden in der Regel die technisch
leicht zugänglichen Polyisocyanate, z.B. das 2,4- und
2,6-Toluylendiisocyanat sowie beliebige Gemische dieser
Isomeren ("TDI"), Polyphenyl-polymethylen-polyiso-

cyanate, wie sie durch Anilin-Formaldehyd-Kondensation und anschließende Phosgenierung hergestellt werden ("rohes MDI") und Carbodiimidgruppen, Urethangruppen, Allophanatgruppen, Isocyanuratgruppen, Harnstoffgruppen oder Biuretgruppen aufweisenden Polyisocyanate ("modifizierte Polyisocyanate"), insbesondere solche modifizierten Polyisocyanate, die sich vom 2,4- und/oder 2,6-Toluylendiisocyanat bzw. vom 4,4'- und/oder 2,4'-Diphenylmethandiisocyanat ableiten.

2. Als Ausgangskomponenten ferner Verbindungen mit mindestens zwei gegenüber Isocyanaten reaktionsfähigen Wasserstoffatomen von einem Molekulargewicht in der Regel von 400 - 10 000. Hierunter versteht man neben Aminogruppen, Thiolgruppen oder Carboxylgruppen aufweisenden Verbindungen vorzugsweise Hydroxylgruppen aufweisende Verbindungen, insbesondere zwei bis acht Hydroxylgruppen aufweisende Verbindungen, speziell solche vom Molekulargewicht 1000 bis 6000, vorzugsweise 2000 bis 4000, z.B. mindestens zwei, in der Regel 2 bis 8, vorzugsweise aber 2 bis 4, Hydroxylgruppen aufweisende Polyester, Polyether, Polythioether, Polyacetale, Polycarbonate und Polyesteramide, wie sie für die Herstellung von homogenen und von zellförmigen Polyurethanen an sich bekannt sind und wie sie z.B. in der DE-OS 2 832 253, Seiten 11-18, beschrieben werden.

3. Gegebenenfalls als Ausgangskomponenten Verbindungen mit mindestens zwei gegenüber Isocyanaten reaktionsfähigen Wasserstoffatomen und einem Molekulargewicht von 32 bis 400. Auch in diesem Fall versteht man hierunter Hydroxylgruppen und/oder Aminogruppen und/oder Thiolgruppen und/oder Carboxylgruppen aufweisende Verbindungen, vorzugsweise Hydroxylgruppen und/oder Aminogruppen aufweisende Verbindungen, die als Kettenverlängerungsmittel oder Vernetzungsmittel dienen. Diese Verbindungen weisen in der Regel 2 bis 8, vorzugsweise 2 bis 4, gegenüber Isocyanaten reaktionsfähige Wasserstoffatome auf. Beispiele hierfür werden in der DE-AS 2 832 253, Seiten 19-20, beschrieben.

15 4. Gegebenenfalls Hilfs- und Zusatzmittel wie

- Wasser und/oder leicht flüchtige anorganische oder organische Substanzen als Treibmittel,
- Katalysatoren der an sich bekannten Art,
- Oberflächenaktive Zusatzstoffe, wie Emulgatoren und Schaumstabilisatoren,
- Reaktionsverzögerer, z.B. sauer reagierende Stoffe wie Salzsäure oder organische Säurehalogenide, ferner Zellregler der an sich bekannten Art wie Paraffine oder Fettalkohole oder Dimethylpolysiloxane sowie Pigmente oder Farbstoffe und Flammenschutzmittel der an sich bekannten Art, z.B. Tris-chlorethylphosphat,

5 Trikresylphosphat oder Ammoniumphosphat und -polyphosphat, ferner Stabilisatoren gegen Alterungs- und Witterungseinflüsse, Weichmacher und fungistisch und bakteriostatisch wirkende Substanzen sowie Füllstoffe wie Bariumsulfat, Kieselgur, Ruß oder Schlämmkreide.

Diese gegebenenfalls mitzuverwendenden Hilfs- und Zusatzstoffe wurden beispielsweise in der DE-OS 2 732 292, Seiten 21-24 beschrieben.

10 Weitere Beispiele von gegebenenfalls erfindungsgemäß mitzuverwendenden oberflächenaktiven Zusatzstoffen und Schaumstabilisatoren sowie Zellreglern, Reaktionsverzögerern, Stabilisatoren, flammhemmende Substanzen, Weichmachern, Farbstoffen und Füllstoffen sowie fungistisch und bakteriostatisch wirksamen Substanzen sowie Einzelheiten über Verwendungs- und Wirkungsweise dieser Zusatzmittel sind im Kunststoff-Handbuch, Band VII, herausgegeben von Vieweg und Höchtlen, Carl-Hanser-Verlag, München 1966, z.B. auf den Seiten 103 bis 113 beschrieben.

20 Durchführung des erfindungsgemäß Verfahrens:

25 Die Reaktionskomponenten werden erfindungsgemäß nach dem an sich bekannten Einstufenverfahren, dem Prepolymerverfahren oder dem Semiprepolymerverfahren zur Umsetzung gebracht, wobei man sich oft

maschineller Einrichtungen bedient, z.B. solcher, die in der US-Patentschrift 2 764 565 beschrieben werden. Einzelheiten über Verarbeitungseinrichtungen, die auch erfindungsgemäß in Frage kommen, werden im Kunststoff-
5 Handbuch, Band VII, herausgegeben von Vieweg und Höchten, Carl-Hanser-Verlag, München 1966, z.B. auf den Seiten 121 bis 205 beschrieben.

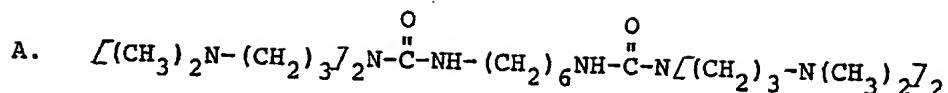
Bei der Schaumstoffherstellung kann erfindungsgemäß die Verschäumung auch in geschlossenen Formen durchgeführt
10 werden. Dabei wird das Reaktionsgemisch in eine Form eingetragen. Als Formmaterial kommt Metall, z.B. Aluminium, oder Kunststoff, z.B. Epoxidharz, in Frage. In der Form schäumt das schäumfähige Reaktionsgemisch auf und bildet den Formkörper. Die Formverschäumung kann dabei so durchgeführt werden, daß das Formteil an seiner Oberfläche Zellstruktur aufweist, sie kann aber auch so durchgeführt werden, daß das Formteil eine kompakte Haut und einen zelligen Kern aufweist. Erfindungsgemäß kann man in diesem Zusammenhang so vorgehen, daß man
15 in die Form so viel schäumfähiges Reaktionsgemisch einträgt, daß der gebildete Schaumstoff die Form gerade ausfüllt. Man kann aber auch so arbeiten, daß man mehr schäumfähiges Reaktionsgemisch in die Form einträgt, als zur Ausfüllung des Forminneren mit Schaumstoff notwendig ist. Im letztgenannten Fall wird somit unter "over-charging" gearbeitet; eine derartige Verfahrensweise ist z.B. aus den US-Patentschriften 3 178 490 und
20 3 182 104 bekannt.

Bei der bevorzugten Formverschäumung werden vielfach an sich bekannte "äußere Trennmittel", wie Siloconöle, mitverwendet. Man kann aber auch sogenannte "innere Trennmittel", gegebenenfalls im Gemisch mit äußeren 5 Trennmitteln, verwenden, wie sie z.B. aus den DE-Offenlegungsschriften 2 121 670 und 2 307 589 bekanntge- worden sind.

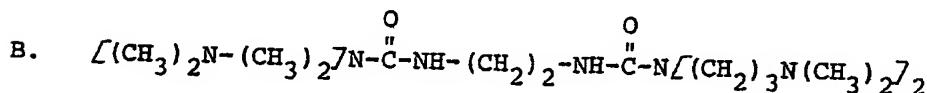
Erfindungsgemäß lassen sich auch kalthärtende Schaumstoffe herstellen (vgl. GB-Patentschrift 1 162 517, 10 DE-Offenlegungsschrift 2 153 086).

Selbstverständlich können aber auch Schaumstoffe durch Blockverschäumung oder nach dem an sich bekannten Doppel- transportbahndverfahren hergestellt werden.

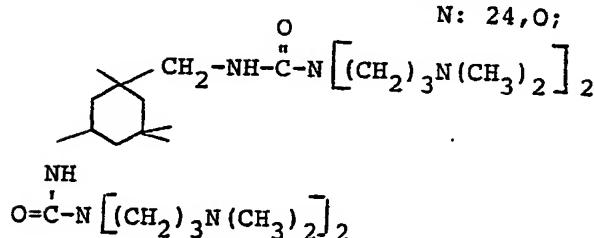
Die nach der Erfindung erhältlichen Produkte finden 15 z.B. folgende Anwendung: Automobilsitze, Armlehnen, Bauelemente, Matratzen, Kühlmöbel, Tiefkühlhausisolierungen, Dachisolierungen, Dämmplatten für die Bau- industrie; Bauplatten (Sandwich-Platten).

Beispiele

Zu einer Lösung von 187 g (1 m) Bis-(dimethylamino-propyl)-amin in 200 ml Toluol werden 84 g (0,5 m) Hexamethylenendiisocyanat getropft, wobei die Temperatur durch Kühlen auf 70°-80°C gehalten wird. Anschließend wird sofort eingeengt. Ausb. 271 g, quantitativ, einer viskosen farblosen Flüssigkeit; Molekulargewicht gef.: 530, Analyse für $\text{C}_{28}\text{H}_{62}\text{N}_8\text{O}_2$ (542) ber. C: 62,0, H: 11,4, N: 12,5 gef. C: 61,5, H: 10,2, N: 12,0.



Gemäß A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylenaminopropyl)-amin und 56 g (0,5 m) Ethylendiisocyanat. Ausbeute 243 g, quantitativ, einer viskosen, farblosen Flüssigkeit, Analyse für $\text{C}_{24}\text{H}_{54}\text{N}_8\text{O}_2$ (486) Molekulargewicht gef. 475; ber. C: 59,2, H: 11,1, N: 24,7; gef. C: 58,8, H: 11,0 N: 24,0;



Gemäß A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylaminopropyl)-

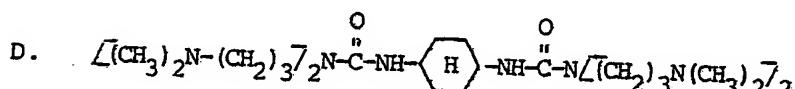
Le A 20 345

amin und 111 g (0,5 m) 1-Isocyanato-3,3,5-trimethyl-5-isocyanatomethylcyclohexan;

Ausb. 298 g, quantitativ, eines farblosen, zähen Öls,

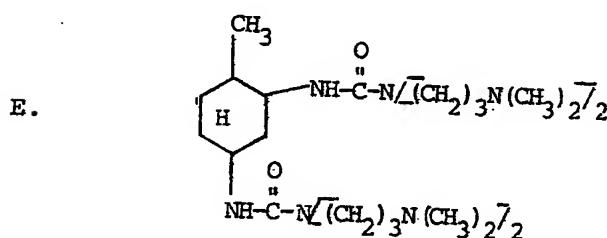
5. Molekulargewicht gef. 580, Analyse für $C_{32}H_{67}N_8O_2$ (596)

ber. C: 62,4, H: 11,2 N: 18,7;
C: 62,0, H: 10,7 N: 18,5;



10. gemäß Beispiel A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylamino-propyl)-amin und 83 g (0,5 m) Cyclohexan-1,4-diisocyanat; Ausb. 270 g, quantitativ, eines farblosen, viskosen Öls, Molekulargewicht gef.: 530, Analyse für $C_{28}H_{58}N_8O_2$ (540)

15. ber. C: 62,2, H: 10,7, N: 20,7;
gef. C: 61,5, H: 10,0, N: 20,0;

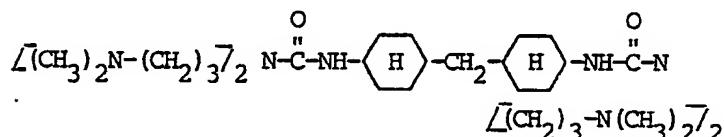


20
- 16 -

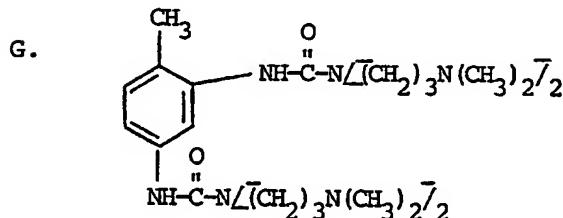
3027796

gemäß Beispiel A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylaminopropyl)-amin und 90 g (0,5 m) 1-Methyl-2,4- und -2,6-Diisocyanato-cyclohexan (80:20); Aus. 277 g, quantitativ einer viskosen farblosen Flüssigkeit,
5 Molekulargewicht gef. 528; Analyse für $C_{30}H_{70}N_8O_2$ (544)
ber. C: 66,2, H: 12,9, N: 20,6;
gef. C: 65,7, H: 12,2, N: 20,2;

F.



10 gemäß Beispiel A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylamino-propyl)-amin und 131 g (0,5 m) 4,4'-Disisocyanato-dicyclohexylmethan, Ausb. 318, quantitativ einer viskosen Flüssigkeit, Molekulargewicht gef: 62,5
Analyse für $C_{35}H_{78}N_8O_2$ (636)
15 ber. C: 66,0, H: 12,2, N: 17,6;
gef. C: 65,5, H: 11,4, N: 17,0;

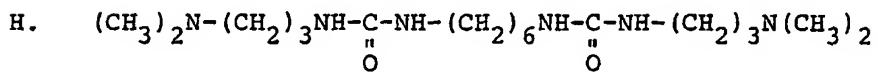


Le A 20 345

130067/0237

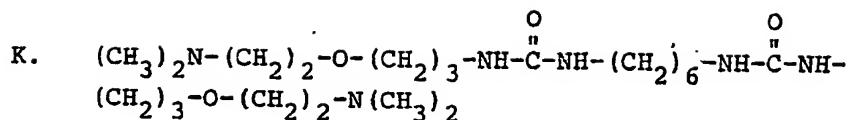
gemäß Beispiel A aus 187 g (1 m) Bis-(dimethylaminopropyl)-amin und 87 g (0,5 m) Toluylens-2,4-diisocyanat; Ausb. 274 g. quant. einer viskosen Flüssigkeit Molekulargewicht gef. 537;

5 Analyse für $C_{29}H_{54}N_8O_2$
(548) ber.: C 64,7, H: 10,0, N: 20,8;
gef.: C 64,0 H: 1,7, N: 20,2;



10 Gemäß A aus 102 g (1 m) Dimethylaminopropylamin und 84 g (0,5 m) Hexamethylendiisocyanat; das abgesaugte Produkt hat einem Schmp. von 155°C und ist in Wasser, Ethylenglykol und Diisopropylenglykol löslich, Molekulargewicht gef. 363;
15 Analyse für $C_{18}H_{40}N_6O_2$ (372)
ber.: C 58,0; H: 10,7; N: 22,6;
gef.: C 57,4; H: 10,0; N: 22,2;

J. Harnstoff aus einem biuretisierten Hexamethylen-diisocyanat
20 In 96,5 g (0,5 m) Bis-(dimethylaminopropyl)-amin und 200 ml Toluol werden 100 g eines biuretisierten Hexamethylendiisocyanates mit einem NCO-Gehalt von 21,4 % getropft; anschließend wird eingeeengt, Ausbeute quantitativ eines leicht gelben viskosen Öls, Molekulargewicht gef. 1080, idealisiert M ber. 25 1039;



In 146 g (1 m) 3-Aminopropyl-2-dimethylaminoethyl-
ether und 200 ml Toluol werden 83 g (0,5 m) Hexa-
5 methylendiisocyanat getropft, abgesaugt und ge-
brannt, Ausbeute quantitativ, Schmp.: 147°C, von
glatter Löslichkeit in Ethylenglykol, Diethylen-
glykol; Molekulargewicht gef.: 454; Analyse für
10 $\text{C}_{22}\text{H}_{48}\text{N}_6\text{O}_4$ (460)
ber.: C 57,4 H: 9,6 N: 20,9;
gef.: C 56,3 H: 9,1 N: 20,1.

Beispiel 1

1. 100 Teile eines Polyethers der OH-Zahl 28, hergestellt durch Addition von Propylenoxid und Ethylenoxid an Trimethylolpropan
- 5 3,0 Tl. Wasser
- 0,1 Tl. Bis-(dimethylaminoethyl)-ether
- 0,6 Tl. Diazabicyclooctan
- 10 1,0 Tl. eines handelsüblichen Siliconstabilisators werden mit 35,5 Tl. eines Isocyanatgemisches, bestehend aus 80 % eines Gemisches aus Toluylens-2,4- und -2,6-diisocyanat (80:20) sowie 20 % eines durch Phosgenierung eines Anilin-Formaldehyd-Kondensates gewonnenen Polyisocyanates mit 44 % NCO-Gehalt werden verschäumt. Liegezeit: 5 sec., Fadenziehzeit: 57 sec., Steigzeit: 103 sec.; um dem entstandenen Formteil (20 l Kastenform) nun noch eine gleichmäßige Zellstruktur und eine dünne, feine Haut zu geben, muß in der Regel mit typischen Hautbildungskatalysatoren, z.B. mit N-Methylmorpholin oder Triethylamin kokatalysiert werden. Ihre Verwendung ist jedoch mit einer starken Geruchsbelästigung verbunden.
- 15 2. Ersetzt man nun 0,3 Teile Diazabicyclooctan durch 0,5 Teile des geruchsarmen Aktivators gemäß A, so erhält man bei fast unveränderten Verschäumungsdaten (Liegezeit: 5 sec., Fadenziehzeit: 55 sec., Steigzeit: 102 sec.) ein Formteil, welches beim Entformen deutlich weniger des typischen Amingeruchs freisetzt. Das Formteil zeigt eine feine und

Le A 20 345

130067/0237

gleichmäßige Porenstruktur sowie eine feine und dünne Haut.

Beispiel 2

5 Man arbeitet analog Beispiel 1.2 unter Verwendung von 0,5 Tl. des Aktivators gemäß C (Liegezeit: 5 sec., Fadenziehzeit: 57 sec., Steigzeit: 103 sec.). Das Formteil zeigt bei einer dünnen, durchgehenden Haut eine feine Porenstruktur auf.

Beispiel 3

10 Man arbeitet analog Beispiel 1.2 unter Verwendung von 0,5 Tl. des Aktivators gemäß E (Liegezeit: 5 sec., Fadenziehzeit: 56 sec., Steigzeit: 102 sec.). Das Formteil zeigt bei einer ebenfalls dünnen, durchgehenden Haut eine feine regelmäßige Porengröße auf.